引例 4

(19)日本国特許庁(JP)

B32B 25/20

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出版公開番号 特開2001-18330 (P2001-18330A)

(43)公開日 平成13年1月23日(2001.1.23)

(51) Int.CL*

識別配号

ΡI

B32B 25/20

テーマコート・(参考)

4F100

審査請求 未請求 請求項の数1! OL (全 7 頁)

(21)出版番号

特惠平11-192785

(22)出頃日

平成11年7月7日(1999,7.7)

(71)出國人 000002060

信息化学工業株式会社

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

(72)発明者 高村 融

東京都千代田区大手町2丁目6番1号 信

兹化学工業株式会社内

(72) 発明者 中野 昭生

群局県確米郡松井田町大字人見1番地10 信館化学工業株式会社シリコーン電子材料

技術研究所内

(74)代理人 100087631

弁理士 施田 清單

最終頁に続く

(54) [発明の名称] 耐熱熱伝導性シリコーンゴム複合シート及びその製造方法

(57)【要約】

【課題】熱伝導性に優れると共に充分な強度がある上、 ゴムの粘着性による加圧ツールへの密着がなく作業性に 優れた耐熱熱伝導性シリコーンゴム複合シートを提供。 【解決手段】シリコーンゴムシートの少なくとも一方の 面に耐熱性樹脂フィルム層が設けられた耐熱熱伝導性シ リコーンゴム複合シート。前記シリコーンゴムシート は、(A) 平均重合度が200以上のオルガノポリシロ キサン100重量部、(B) 水分を除いた揮発分が0. 5重量%以下であるカーボンブラック0~150重量 部、(C)金属、金属酸化物、金属窒化物、金属炭化物 から選択された少なくとも一種0~1,600重量部、 及び、(D)硬化剤からなり、前記(B)成分と(C) 成分の合計量が10~1,600重量部であるシリコー ンゴム組成物をシートに成形したシートであって、15 0℃以上で3時間加熱した時の揮発分が0. 2重量%以 下であるシートである。

(2)

特照2001-18330

【特許請求の範囲】

.【請求項1】 シリコーンゴムシートの少なくとも一方 の面に耐熱性樹脂フィルム層が設けられた複合シートで あって、前記シリコーンゴムシートが、(A)平均重合 度が200以上のオルガノポリシロキサン100重量 部、(B) 水分を除いた揮発分が0.5重量%以下であ るカーボンブラック O~150 重量部、(C) 金属、金 属酸化物、金属窒化物、金属炭化物から選択された少な くとも一種0~1,600重量部、及び、(D)硬化剤 からなり、前記 (B) 成分と (C) 成分の合計量が10 10 ム複合シートの製造方法。 ~1,600重量部であるシリコーンゴム組成物を成形 したシートであって、150℃で3時間加熱した時の揮 発分が 0. 2 重量%以下であることを特徴とする耐熱熱 伝導性シリコーンゴム複合シート。

1

(B) 成分が10~100重合部、 【請求項2】

- (C) 成分が0~1,200重量部、(B) 成分と
- (C) 成分の合計量が40~1,300重量部である、 請求項1に記載された耐熱熱伝導性シリコーンゴム複合 シート。

【請求項3】 前記シリコーンゴムシートが、更に、 (A) 成分100重量部に対して0.1~5重量部の酸 化セリウム粉末を含有する、請求項1又は2に記載され た耐熱熱伝導性シリコーンゴム複合シート。

【請求項4】 前記耐熱性樹脂フィルムが、ガラス転移 温度が200℃以上である樹脂フィルム叉は融点が30 0℃以上のフッ素樹脂フィルムから選ばれる耐熱性樹脂 フィルムである、請求項1~3の何れかに記載された耐 熱熱伝導性シリコーンゴム複合シート。

【請求項5】 前記耐熱性樹脂フィルムの厚さが5~3 O O μ m の範囲である、請求項1~4の何れかに記載さ 30 れた耐熱熱伝導性シリコーンゴム複合シート。

【請求項6】 複合シートとしての全体の厚さが0.1 ~10mmの範囲である、請求項1~5の何れかに記載 された耐熱熱伝導性シリコーンゴム複合シート。

【請求項7】 前記耐熱性樹脂フィルムが熱伝導性粉末 を含有する、請求項1~6の何れかに記載された耐熱熱 伝導性シリコーンゴム複合シート。

【請求項8】 前記熱伝導性粉末が、カーボンブラッ ク、酸化アルミニウム、酸化マグネシウムから選択され た少なくとも1種の粉末である、請求項7に記載された 40 耐熱熱伝導性シリコーンゴム複合シート。

【請求項9】 シリコーンゴムシートと耐熱性樹脂フィ ルムがシリコーン接着剤で接着されてなる、請求項1~ 8の何れかに記載された耐熱熱伝導性シリコーンゴム複 合シート。

【請求項10】 熱圧着用シートとして使用される請求 項1~9の何れかに記載された耐熱熱伝導性シリコーン ゴム複合シート。

(A) 平均重合度が200以上のオル 【請求項11】 ガノポリシロキサン100重量部、 (B) 水分を除いた 50

揮発分が0.5重量%以下であるカーポンプラック0~ 150重量部、(C)金属、金属酸化物、金属窒化物、 金属炭化物の少なくとも1種0~1,600重量部、

(B) 成分と(C) 成分の合計量10~1,600重量 部、及び(D) 硬化剤からなるシリコーンゴム組成物を シートに成形し、これを150℃以上の温度で加熱して **海発分を除去した後、シリコーン接着剤を介して耐熱性** 樹脂フィルムを貼り合せることを特徴とする、請求項1 ~10の何れかに記載された耐熱熱伝導性シリコーンゴ

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は耐熱熱伝導性複合シ ートに関し、特に、積層板やフレキシブル基板を成形す る際の熱圧着シートとして、或いは液晶ディスプレイ等 の電極の接続に用いる異方性導電膜用熱圧着シートとし て好適な耐熱熱伝導性シリコーンゴム複合シート、及 び、その製造方法に関する。

[0002]

20

【従来技術】熱伝導性電気絶縁材料としては、従来か ち、シリコーンゴムに酸化ベリリウム、酸化アルミニウ ム、水酸化アルミニウム、酸化マグネシウム、酸化亜鉛 等の粉末を配合したもの(特開昭47-32400号参 照)やシリコーンゴムに窒化ホウ素を配合し網目状の絶 縁材で補強したもの(実開昭54-184074号参 照) 等が知られている。これらは、パワートランジス タ、サイリスタ、整流器、トランス、あるいは、パワー MOSやFET等の発熱性部品の放熱絶縁材料としてに 使用されている。しかしながら、このような材料を20 0℃以上の高温条件下で使用すると熱伝導性付与剤中の 不純物やpHの影響により、シリコーンゴムが劣化する という欠点があった。

【0003】一方、プレス成形機を用いて積層板、或い はフレキシブルプリント基板を成形する際のシートや、 液晶ディスプレイの電極端子部と駆動回路が搭載された フレキシブルプリント基板の接続に用いる異方性導電膜 を圧着機で熱圧着する際のシートとして、上記の熱伝導 性電気絶縁シートが用いられている。例えば、特開平5 -198344号にはシリコーンゴムに窒化ホウ素を配 合しガラスクロスで補強したものが閉示されており、特 開平6~36853号には、シリコーンゴムに窒化ホウ 索と導電性物質を配合し、ガラスクロスで補強して帯電 防止性を付与したものが開示されているが、これらの場 合にも、高温条件下では同様にシリコーンゴムが劣化す るという欠点があった。

【0004】特に最近においては、フレキシブルブリン ト基板や異方性導電膜の材質が高温成形タイプに変わ り、さらに圧着サイクルを短縮して生産性を向上させる ために成形温度が上昇してきており、熱伝導性電気絶縁 材料としてのシリコーンゴムシートの耐熱性と熱伝導性 (3)

特開2001-18330

が重要になっている。そこで、特開平7-11010号公報には、熱伝導性付与剤として、水分を除いた揮発分が0.5重量%以下であるカーボンブラックを用いることにより、300℃以上で使用可能な耐熱性と良好な熱伝導性を有するシリコーンゴムシート単体が提案されている。

【0005】しかしながら、この熱伝導性電気絶縁シー トはシリコーンゴムシート単体であるために強度が不足 しており、連続使用した場合には破壊する恐れがある。 またシリコーンゴムの粘着性により圧着後にシートが加 10 圧ツールや被圧着体に貼り付き、作業性が非常に悪くな るという問題があった。更に、300℃以上の高温で使 用した場合には、シリコーンゴムシートに揮発分が存在 すると液晶ディスプレイの電極端子部と駆動回路が搭載 されたフレキシブルブリント基板の接続に用いる異方性 導電膜を圧着機で熱圧着する際に、電板端子部及び起動 回路の汚染が生ずるという欠点があった。このような弊 害を避けるために、高温でシートを加熱処理することが 一般的に行われているが、樹脂フィルムとの積層シート を、150℃以上の高温で加熱すると、ゴムの収縮によ 20 りシートに反りが発生し、作業性が著しく悪くなるとい う欠点があった。

【0006】そこで本発明者等は、良好な熱伝導性を有すると共に充分な強度があり、また、ゴムの粘着性による加圧ツール等への密着がなく作業性の良い耐熱熱伝導性シリコーンゴム複合シートについて鋭意検討した結果、水分を除いた揮発分が0.5重量%以下であるカーボンブラックと、金属、金属酸化物、金属窒化物、金属炭化物の中から選択された少なくとも1種を特定の割合で配合したシリコーンゴムシートを耐熱性樹脂フィルム 30によって補強することにより、良好な結果を得ることができることを見出し、本発明に到達した。

[0007]

【発明が解決しようとする課題】従って本発明の目的 は、熱伝導性に優れると共に充分な強度がある上、ゴム の粘着性による加圧ツール等への密着がなく、作業性に も優れた耐熱熱伝導性シリコーンゴム複合シート及びそ の製造方法を提供することにある。

[0008]

【課題を解決するための手段】本発明の上記の目的は、 40シリコーンゴムシートの少なくとも一方の面に耐熱性樹脂フィルム層が設けられた複合シートであって、前記シリコーンゴムシートが、 (A) 平均重合度が200以上のオルガノポリシロキサン100重量部、 (B) 水分を除いた揮発分が0.5重量%以下であるカーボンブラック0~150重量部、 (C) 金属、金属酸化物、金属窒化物、金属炭化物から選択された少なくとも一種0~1,600重量部、及び、 (D) 硬化剤からなり、前記(B) 成分と(C) 成分の合計量が10~1,600重量部であるシリコーンゴム組成物を成形したシートであ 50

って、150℃で3時間加熱した時の揮発分が0.2重 量%以下であることを特徴とする、耐熱熱伝導性シリコ ーンゴム複合シート、及び、その製造方法によって達成 された。

【発明の実施の形態】

【0009】本発明の構成の内、(A) 成分である平均 重合度200以上、好ましくは3,000~20,00 ののオルガノポリシロキサンは、平均組成式RnSi0 (nは1.95~2.05の正数)で表される。式中のRは置換または非置換の一価炭化水素基を表し、具体的にはメチル基、エチル基、プロビル基等のアルキル基、シクロペンチル基、シクロペキシル基等のシクロアルキル基、ビニル基、アリル基等のアルケニル基、フェニル基、トリル基等のアリール基あるいはこれらの水素原子が部分的に塩素原子、フツ素原子などで置換されたハロゲン化炭化水素基等が例示される。Rの0.001~5モル%、特に0.01~1モル%がアルケニル基であることが好ましい。

【0010】一般的にはオルガノポリシロキサンの主鎖がジメチルシロキサン単位からなるものあるいはこのオルガノポリシロキサンの主鎖にビニル基、フェニル基、トリフルオロプロピル基などを導入したものが好ましい。また分子鎖末端はトリオルガノシリル基または水酸基で封鎖されたものであればよいが、このトリオルガノシリル基としては、トリメチルシリル基、ジメチルビニルシリル基、トリビニルシリル基などが例示される。なお、この成分の25℃における粘度は300cs以上であることが好ましい。また、重合度が200以下では、硬化後の機械的強度が劣り脆くなる。

【0011】(B)成分の、水分を除いた揮発分が0.5重量%以下、好ましくは0.4重量%以下であるカーボンプラックは、複合シートの耐熱性及び熱伝導性を向上させるとともに機械的強度を向上させるだけでなく、シリコーンゴムシートを導電化して帯電防止性を付与するものである。カーボンプラックはその製造方法により、ファーネスプラック、チャンネルブラック、サーマルプラック、アセチレンブラック等に分類されるが、揮発分が0.5重量%以下のカーボンプラックとしては、アセチレンブラックや特開平1-272667号に開示されている導電性カーボンプラック等が好適である。

【0012】本発明における揮発分の測定方法はJISK62 21の "ゴム用カーボンブラック試験方法"に記載されているものであり、具体的にはるつぼの中にカーボンブラックを規定量入れ、950℃で7分間加熱した後の揮発減量を測定するものである。この (B) 成分の配合量は、(A) 成分100重量部に対して0~150重量部、特に10~100重量部であることが好ましく、20~80重量部の範囲で使用することが最も好ましい。150重量部以上になると配合が困難になるうえ成形加工性が悪くなる。

10

40

5

【0013】(C)成分は金属、金属酸化物、金属窒化物、金属炭化物から選択される少なくとも1種であり、本発明のシリコーンゴムシートに熱伝専性を付与するものである。これらの具体例としては、金属では銀粉、銅粉、鉄粉、ニッケル粉などが、金属酸化物では亜鉛、マグネシウム、アルミニウム、珪素、鉄等の酸化物、金属 変化物ではホウ素、アルミニウム、珪素等の窒化物、金属炭化物では珪素、ホウ素等の炭化物等が例示される。【0014】この(C)成分の配合量は、(A)成分100重量部に対して0~1,600重量部、特に0~1,200重量部の範囲で使用することが好ましい。1,600重量部以上になると配合が困難になるうえ成形加工性が悪くなる。本発明における(B)成分と

(C) 成分の合計配合量は $10\sim1$, $600重量部であり、<math>40\sim1$, $200重量部であることが好ましく、特に<math>45\sim1$, 000重量部の範囲で使用することが好ましい。また、耐熱性を重視する場合には、カーボンブラックの使用量を多くすることが好ましい。

【0015】(D)成分としての硬化剤は、通常シリコ ーンゴムの硬化に使用されている公知のものの中から適 20 宜選択することができる。これらの硬化剤の例として は、ラジカル反応に使用されるジーtープチルパーオキ サイド、2. 5ージメチルー2. 5ージ (tープチルパ ーオキシ) ヘキサン、ジクミルパーオキサイドなどの有 機過酸化物、付加反応硬化剤として、(A)成分のオル ガノポリシロキサンがアルケニル基を2個以上有する場 合に対しては、ケイ素原子に結合した水素原子を1分子 中に2個以上含有するオルガノハイドロジエンポリシロ キサンと白金系触媒とからなるもの、縮合反応硬化剤と して、(A) 成分のオルガノポリシロキサンがシラノー 30 ル基を2個以上含有する場合に対しては、アルコキシ 基、アセトキシ基、ケトオキシム基、プロペノキシ基な どの加水分解性の基を2個以上有する有機ケイ素化合物 等が例示され、ラジカル反応及び/文は付加反応で硬化 させることが好ましい。

【0016】これらの添加量は通常のシリコーンゴムの場合と同様にすればよいが、ラジカル反応の場合には有機過酸化物を(A)成分100重量部に対して0、1~10重量部、付加反応の場合にはオルガノハイドロジェンポリシロキサンのSiH基が(A)成分のアルケニル基に対して0.5~5モル%となる量及び白金系触媒が1~2,000ppmとなる量使用することが好ましい。【0017】本発明においては、更に、このシリコーンゴム組成物に酸化セリウム粉末を添加することにより更に耐熱性を向上させることができる。この添加量は、

(A) 成分100萬量部に対して0.1~5重量部の範囲が好ましく、5重量部を越えると反対に耐熱性が低下することがある。また、この酸化セリウム粉末のBET比表面積は50m²/g以上の比較的比表面積の大きなものを用いることが好ましい。

【0018】本発明で使用されるシリコーンゴム組成物には、必要に応じてクレイ、炭酸カルシウム、けいそう士等の充填剤、低分子シロキサンエステル、シラノール基含有低分子シロキサン等の分散剤、シランカップリング剤、チタンカップリング剤等の接着付与剤、難燃性を付与する白金族金属系触媒、ゴムコンパウンドのグリーン強度を上げるテトラフルオロポリエチレン粒子などを添加してもよい。尚、本発明のシリコーンゴム組成物の配合は、上記成分を二本ロール、ニーダー、バンバリーミキサー、プラネクリーミキサー等の混合機を用いて混練りすればよいが、硬化剤は使用する直前に添加することが好ましい。

【0019】本発明で使用する耐熱性樹脂フィルムとしては、本発明の熱伝導性シリコーンゴム複合シートが300℃付近の温度でも使用されるため、高温において機械的強度及び離形性等に優れている必要がある。従って、ガラス転移点が200℃以上である芳香族ポリイミド、ポリアミドイミド、芳香族ポリアミド、ポリエーテルサルホン、ポリエーテルイミド等の樹脂フィルム、融点が300℃以上のポリテトラフルオロエチレン(PTFE)あるいはテトラフルオロエチレンパーフルオロアルキルビニルエーテル共重合体(PFA)等のフッ素樹脂フィルムが利用できる。

【0020】これらの市販品としては、芳香族ポリアミドとして市販されているカプトン(商品名、東レデュポン株式会社製)、アピカル(商品名、全額化学工業株式会社製)、芳香族ポリアミドとして市販されているアラミカ(商品名、旭化成工業株式会社)、テフロン(商品名、加化成工業株式会社)、テフロン(商品名、デュポン・ジャパン・リミデッド製)、ニトフロン(商品名、日東電工株式会社製)等がある。特に、ガラスクロス等で補強したタイプのものが強度の面から好ましい。

【0021】更に、カーボンブラックを配合することにより電気伝導性を付与した耐熱性樹脂フィルムを使用したり、あるいは、酸化アルミニウムや酸化マグネシウム等の熱伝導性粉末を配合することにより熱伝導性を付与した耐熱性樹脂フィルムを利用することも好ましい。熱伝導性を付与した耐熱性樹脂フィルムとしては、カプトンMT(商品名、前出)が市販されている。

【0022】本発明で使用する耐熱性フィルムの厚さは 5~300μmの範囲であることが好ましく、特に10~100μmの範囲であることが好ましい。厚さが薄すぎると、フィルム自体の機械的強度が小さいため、シート成形時あるいは圧着シートとしての使用中に切断する恐れがあり、厚すぎると、熱の伝わり方が悪くなり熟圧着が不充分になるという問題が生じることがある。

【0023】本発明のシリコーンゴムシートを成形する 方法としては、硬化剤までを配合したシリコーンゴム組 50 成物をカレンダーあるいは押出し機で所定の厚さに分出 ましい。

20

特開2001-1833Q

8

→ US OBLON

してから加熱硬化させる方法、液状のシリコーンゴム組成物あるいはトルエン等の溶剤に溶解して液状化したシリコーンゴム組成物を、キャリアフィルム上にコーティングしてから硬化させ、次いでフィルムから剥離する方法等があげられる。本発明においては、150℃で3時間加熱した時の揮発分を0.2重量%以下、好ましくは0.1重量%以下にするために、高温でこのシリコーンゴムシートを熱処理することが好ましい。本発明においては、上記方法で成形されたシートを、乾燥機や連続加熱炉の中で、150℃以上の湿度で熱処理することが好10

7

【0024】このようにして得られたシリコーンゴムシートと耐熱性樹脂フィルムを接着させるに際しては、耐熱性樹脂フィルムにプライマーを塗布しておくことが好ましい。またフッ素樹脂フィルムを用いる場合には、予めナトリウムーナフタレン溶液等でエッチング処理し、耐熱性樹脂フィルムに接着性を付与しておくことが好ましい。

【0025】シリコーンゴムシートと耐熱性樹脂フィルムを接着させるためには接着剤を用いることが好ましく、特にシリコーン接着剤を用いることが好ましい。シリコーン接着剤としては、接着助剤を添加した、液状の1液型、2液型、3液型シリコーンゴムや、初期に粘着性があり室温で放置又は加熱することにより接着する接着用のシリコーンワニスが挙げられる。接着性やコーティング容易性の観点から、特に接着用のシリコーンワニスが好ましい。

【0026】本発明においては、耐熱性樹脂フィルムに、ナイフコーター、ロールコーター、リパースコーター、ドクターナイフコーター等により、シリコーン接着 30 剤を好ましくは10~50μmの厚さに塗布した後、乾燥しまたはそのままの状態でシリコーンゴムシートを芳香族ポリイミド、ポリアミドイミド、PTFE等の耐熱性フィルムを複合化したシリコーンゴム複合シートを得ることが好ましい。

【0027】このようにして成形したシリコーンゴム複合シートの厚さは0.1~10mmの範囲であることが好ましい。厚さが薄すぎると被圧着体に充分追従できないので圧力のかかり方が不均一になることがある。一方 40厚すぎると熱伝導性が悪くなることがある。また使用目的により耐熱性樹脂フィルムをシリコーンゴムシートの片面に設けるだけでなく、両面に設けることもできる。

[0028]

【発明の効果】本発明の耐熱熱伝導性シリコーンゴム複合シートは、ゴムの粘着性がない上、耐熱性樹脂フィルムが貼着されており充分な強度を有するので作業性が良好である。また、揮発分が 0.2 重量%以下であるため、熱圧着の際に電極端子部や駆動回路を汚染することがない。更にカーボンブラックを配合した場合には静電 50

気を溜めることがないので、使用時のゴミやホコリの付着を防止することができる上、回路に搭載された電子部 品を放電によって破壊することがない。

[0029]

【実施例】以下、本発明を実施例によって更に詳述するが、本発明はこれによって限定されるものではない。実施例1. (A) 成分としてジメチルシロキサン単位99.85モル%、メチルビニルシロキサン単位0.15モルからなる平均重合度8,000のメチルビニルポリシロキサン100重量部に、(B) 成分として平均粒子形が40nmで揮発分が0.1重量%のアセチレンブラック50重量部、および、補強性シリカAerosilR-972(商品名、Degussa社製)5重量部を二本ロールで配合し、混練りして均一化した。

【0030】このシリコーンゴムコンパウンド100度 量部に対して、塩化白金酸のイソプロピルアルコール溶 液(白金量:2重量%)0.1重量部、アセチレン性ア ルコールである3ーメチルー1ープチンー3ーオール 0.05重量部、および、下式で示されるメチルハイド ロジェンポリシロキサン1、2重量部を添加し、二本ロールでよく混練りして硬化性シリコーンゴム組成物を調 製した。次に、耐熱性樹脂フィルムとして厚さが12μ mの芳香族ポリイミドフィルム(カプトン:商品名、前 出、ガラス転移点350℃以上)にプライマーC(商品 名、信越化学工業株式会社製)を塗布してから、室温で 30分間乾燥した。

CH3 CH3 (CH3)SiO(SiO)12Si(CH3)3 (CH3)Si(CH3)3

【0031】一方、カレンダーロールを用いてシリコーンゴム組成物を厚さが0.30mmとなるように分出ししてから、150℃で3分間乾燥炉を通してシートを硬化させ、さらに乾燥機中で、200℃で4時間加熱して揮発分を除いた。150℃で3時間加熱した時の揮発分は0.08重量%であった。次いで、ブライマーを強布した前記カプトンフィルムに、シリコーン接着剤として陸-109A/B(商品名、信越化学工業株式会社製)をロールコーターにより50μmの厚さとなるように塗布した後、前記したシリコーンシートをラミネートロールで貼り合わせ、160℃の加熱炉の中を5分間通して、本発明の耐熱熱伝導性シリコーンゴム複合シートを作製した。

【0032】実施例2. 耐熱性樹脂フィルムとして厚さ $が12\mu$ mの芳香族ポリアミドフィルム(アラミカ:商品名、前出、ガラス転移点なし)を用いたこと以外は、実施例1と全く同様にして耐熱熱伝導性シリコーンゴム 複合シートを作製した。

【0033】実施例3、耐熱性樹脂フィルムとして、ガ

(6)

特開2001-18330

ラスクロスで補強した厚さが75μmのPTPEフィルム (ニトフロン:商品名、前出、融点327℃)の片面接 着処理品を用いたこと以外は、実施例1と全く同様にし て耐熱熱伝導性シリコーンゴム複合シートを作製した。 【0034】実施例4. (A) 成分としてジメチルシロ キサン単位99、85モル%、メチルビニルシロキサン 単位0、15モル%からなる平均重合度8,000のメ チルビニルポリシロキサン70重量部と、ジメチルシロ キサン単位99.5モル%、メチルビニルシロキサン単 位 0. 5モル%からなる平均重合度 8, 000のメチル 10

(B) 成分として平均粒子形が53μmで揮発分が0. 15重量%のアセチレンブラック50重量部、および、 比表面積が140m^{*}/gの酸化セリウム粉末0.5重 量部を二本ロールで配合し、混練りして均一化した。

ビニルポリシロキサン30重量部からなるペースに、

【0035】このコンパウンドに実施例1と同様の硬化 剤を添加混合し、カレンダーロールにより厚さが0.3 mmのシリコーンゴムシートを得た。このシートを、乾 燥機中で、200℃で4時間熱処理した。150℃で3 時間加熱した時の揮発分は0.10重量%であった。― 20 方、KR105 (商品名:信越化学工業株式会社製、接着用 シリコーンワニス) 100部にT12(商品名:信越化学 工業株式会社製、接着用シリコーンワニス用硬化触媒) を3部添加してなる接着剤を、厚さが12μmのカプト ンフィルムにコンマコーターにより 5 0 μ mの厚さとな るように塗布し、60℃の乾燥炉に3分間通してから、 圧着ロールを用いて前記シリコーンゴムシートと貼り合 わせ、本発明の耐熱熱伝導性シリコーンゴム複合シート を作製した。

【0036】実施例5. (A) 成分としてジメチルシロ 30 キサン単位99.85モル%、メチルビニルシロキサン 単位 0.1-5モル%からなる平均重合度 8.000のメ チルピニルポリシロキサン50重量部と、ジメチルポリ シロキサン単位99.5モル%、メチルピニルシロキサ ン単位0. 5モル%からなる平均重合度8. 000のメ チルピニルポリシロキサン50重量部からなるペース に、(B) 成分として平均粒子径が4μmのアルミナ4 50重量部および比表面積が140m^{*}/gの酸化セリ ウム粉末0.5重量部を二本ロールで配合し、混練りし

【0037】このコンパウンドに実施例1と同様の硬化 剤を添加混合してから、カレンダーロールにより厚さが O. 3mmのシリコーンゴムシートを得た。このシート を200℃で4時間加熱処理した(150℃で3時間加 热した時の揮発分は0.12重量%)後、カーボンブラ ックを配合した導電性カプトンフィルムを、実施例4と 同様の方法で貼り合わせ、本発明の耐熱熱伝導性シリコ ーンゴム複合シートを作製した。

【0038】比較例1、実施例1と全く同様にして関製 した硬化性シリコーンゴム組成物をカレンダーロールを 50 断により使用不能となった。

用いて加工し、厚さがO.3mmのシリコーンゴム単体 のシートを作製した。

【0039】比較例2. (B) 成分として、平均粒径が 30nmで揮発分が0、7重量%のファーネスブラック 50 重量部を配合したこと以外は、実施例1と全く同様 にして厚さが12μmのカプトンフィルムを貼り合わせ た熱伝導性シリコーンゴム複合シートを作製した。

【0040】比較例3. (B) 成分として、平均粒径が 30nmで揮発分が1.5重量%のファーネスプラック 50重量部を配合したこと以外は、実施例2と全く同様 にして厚さが12μmのアラミカフィルムを貼り合わ せ、熱伝導性シリコーンゴム複合シートを作製した。

【0041】比較例4.樹脂フィルムとして厚さが30 μmのポリフェニレンサルファイドフィルム (ガラス転 移温点90℃)を用いたこと以外は、実施例1と全く同 様にして熱伝導性シリコーンゴム複合シートを作製し

【0042】実施例1~5及び比較例1~4で作製した シートのフィルム側を上に向け、その下に厚さが30μ mのテフロンフィルム、次に25μmピッチの頻電極を 設けた2枚のフレキシブルプリント基板によって厚さが2 2μμの異方性導電膜をはさんだもの (上下の銅電極の位 置を合わせる)を置いてから圧着機に設置し、340℃に 加熱した加圧ツールで40kgf/cm゚の圧力で20゚ 秒間フィルム側から圧着した。

【0043】この圧着を繰り返し、加圧ツールへのシー トの密着状態、および均一な圧力で異方性導電膜を加熱 硬化させることができなくなるまでの回数を判定した。 この回数は上下のフレキシブルプリント基板の銅電極間 の導通により確認した。結果は表1に示した通りであ る。ただし、実施例3の場合には、フィルムの厚さが厚。 いため加圧時間を3.0秒に延長した。

[0044]

【表1】

	加圧ツールへの密着	耐久回数 (回)
灰施例1	なし	72
実施例2	なし	7 6
実施例8	なし	5.5
実施何4	なし	9.8
英监例 6	なし	6 1
比較例1	老着	48
比較例2	なし	24
比較例3	なし	14
比較例4	フィルムが溶散	-

表1の結果から、本発明の耐熱熱伝導性シリコーンゴム 複合シートの有効性が実証された。尚、比較例1は1回 ごとに加圧ツールにシートが貼り付くので非常に作業性 が悪かった。また、耐久テストにおいては、シートの破

20/10 2006 13:56 FAX 03 3219 6743

(7)

特開2001-18330

フロントページの続き

Fターム(参考) 4F100 AA12A AA15A AA17A AA18B AA18C AA19B AA19C AA20 AA37A AA37B AA37C AB01A AGOO AKO1B AKO1C AK17B AK17C AK18 AK47 AK49 AK52A AK52G AN02A BA02 BAO3 BAO6 BA10B BA10C BA13 CA02A CB00 DE01A DE01B DE01C EC182 EH012 EJ65 GB41 GB90 JA04B JA04C JA05B JA05C JA07A JA20 JA20B JA20C JJ01 JJ01B JJ01C JJ03B JJ03C JK01 JL00 YY00 YY00A ALOOR ALOOC